

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

008280453 **Image available**

WPI Acc No: 90-167454/199022

Resin compsn. for overcoat compsn. of photodiscs - contg. cyclohexyl epoxide derivs., alicyclic epoxide(s) and photocation polymerisation catalyst

Patent Assignee: NIPPON KAYAKU KK (NIPK)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 2107630	A	19900419	JP 88260666	A	19881018		199022 B
JP 2649711	B2	19970903	JP 88260666	A	19881018	C08G-059/20	199740

Priority Applications (No Type Date): JP 88260666 A 19881018

Patent Details:

Patent	Kind	Lat	Pg	Filing Notes	Application	Patent
JP 2649711	B2	4	Previous	Publ.		JP 2107630

Abstract (Basic): JP 2107630 A

Resin compsns. contg. (A) cpds. of formula (I), (B) alicyclic epoxides and (C) photocation polymerisation catalysts are new. In (I) R = an organic cpd. residue contg. one active hydrogen in mol.; average value of n = 1-30.

(A) are prep'd. by epoxidising vinyl gp. side chain-contg. polycyclohexene oxide obtd. by ring-open-polymerising 4-vinylcyclohexene-1-oxide in the presence of alcohols, phenols, etc.

as initiators, with oxidants e.g. peracid. (C) are pref. polyarylsulphonium complex salts, aromatic sulphonium salts of halogen-contg. complex ions, iodonium salts, etc. The resin compsns. contain 1-60 wt. % (5-40 wt. %) of (A), 39.95-98.95 wt. % (59.9-94.9 wt. %) of (B) and 0.05-0.7 wt. % (0.1-0.5 wt. %) of (C). The resin compsns. may be blended with silicone-alkylene oxide copolymers, acryl polymer, nonbasic fillers e.g. silica, talc, couplers and solvents. The overcoat compsns. comprising the present resin compsns. are useful as protective agent for recording film of photodiscs.

USE/ADVANTAGE - The resin compsns. are useful as overcoat agents for photodisc recording media. The resin compsns. cure under irradiation with ultraviolet rays and have fine adherence to recording media., moisture resistance and excellent hardness. (5pp Dwg.No.0/0)

⑯ 公開特許公報 (A)

平2-107630

⑤Int. Cl. 5

C 08 G 59/20
59/68
G 11 B 7/24

識別記号

NHP
NLE
B

府内整理番号

8416-4J
8416-4J
8120-5D

④公開 平成2年(1990)4月19日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑤発明の名称 樹脂組成物及び光ディスク用オーバーコート組成物

⑥特 願 昭63-260666

⑦出 願 昭63(1988)10月18日

⑧発明者 横島 実 茨城県取手市井野2291

⑨出願人 日本化成株式会社 東京都千代田区富士見1丁目11番2号

⑩代理人 弁理士 竹田 和彦

明細書

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、光信号を高速・高密度に記録再生する光ディスク記録媒体用オーバーコート剤として有用な紫外線等により硬化し、記録媒体に対する接着性、耐湿性の良好な、硬度の優れた紫外線硬化型樹脂組成物に関する。

(従来の技術)

現在、民生用のコンパクトディスク記録媒体用オーバーコート剤として紫外線硬化型オーバーコート剤が使用されている。一方、現在、書き込み、消去の可能な光ディスクの開発が行なわれており、光ディスク用オーバーコート剤の開発も進められている。

(発明が解決しようとする課題)

光ディスク用の記録媒体は、水分やヒートショックに弱く、オーバーコート剤に対する特性として、耐水性、耐ヒートショック性、高い硬度、透明性等の優れた品質が要求されている。

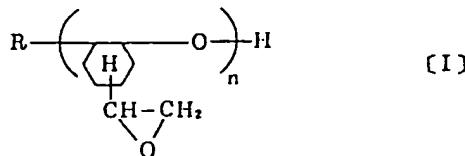
従来使用されているコンパクトディスク用オ

1. 発明の名称

樹脂組成物及び光ディスク用オーバーコート組成物

2. 特許請求の範囲

1. 一般式 [I]



(式中、Rは分子中に1個の活性水素を含有する有機化合物の残基を示し、nの平均値は1～30の数である。)

で表わされる化合物(A)と脂環式エポキシド(B)と光カチオン重合触媒(C)を含む樹脂組成物。

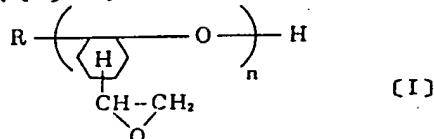
2. 第1項記載の一般式[I]で表わされる化合物(A)と脂環式エポキシド(B)と光カチオン重合触媒(C)を含む光ディスク用オーバーコート組成物。

一バーコート剤は、光ディスクのオーバーコート剤として使用するには、特性が不十分であり、使用できない。又、特開昭59-71317号公報には、ガラスを基材とした光ディスク用の光硬化型接着性組成物が提案されている。この組成物は、2-エチル-2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート等の分子中にOH基を持ったモノ(メタ)アクリレートを主成分としており、オーバーコート剤として使用するには耐水性や硬度等が不十分であり、不向きである。

(課題を解決するための手段)

上記の問題を解決するため、本発明者らは、鋭意研究の結果、紫外線により硬化が速く、接着性、耐湿性、硬度の優れた光ディスク用材料を提供することに成功した。すなわち、本発明は、

1) 一般式[I]で表わされる化合物(A)



ヘキセンオキサイド重合体を過酸等の酸化剤でエポキシ化することによって製造することができる。

アルコール類としては、例えはメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ベントノール、ヘキサノール、オクタノール、3-シクロヘキセンメタノール、ベンジルアルコール等がある。フェノール類としては、フェノール、クレゾール等がある。カルボン酸類としては、ギ酸、酢酸、プロピオン酸等がある。チオール類としては、メチルメルカプタン、エチルメルカプタン、プロピルメルカプタン等があげられる。また、これら前駆体の有機化合物である活性水素を有する化合物はその骨格中に不飽和2重結合を有していても良く、具体例としてはアリルアルコール、アクリル酸、メタクリル酸、3-シクロヘキセンメタノール等がある。これらの化合物の不飽和2重結合は、さらにそれらがエポキシ化された構造でもさしつかえない。

(式[I]中、Rは、分子中に1個の活性水素を含有する有機化合物の残基を示し、nの平均値は、1~30好ましくは5~20の数である。)

と脂環式エポキシド(B)と光カチオン重合触媒(C)を含む樹脂組成物。

2) 1) 項記載の一般式[I]で表わされる化合物(A)と脂環式エポキシド(B)と光カチオン重合触媒(C)を含む光ディスク用オーバーコート組成物に関する。

本発明に於いて使用される一般式[I]で表わされる化合物(A)は、公知の方法によって合成することができる。すなわち、本発明の[I]式で表わされる化合物においてRは、分子中に1個の活性水素を有する有機化合物の残基であるが、その前駆体の有機化合物であるアルコール類、フェノール類、カルボン酸類、チオール類等を開始剤にして4-ビニルシクロヘキセン-1-オキサイド等を開環重合させることによつて得られる、ビニル基側鎖を有するポリシクロ

[I]式で表わされる化合物は、市場より容易に入手することができる。例えは、ダイセル化学工業㈱製、EHPE-3150(エポキシ当量175~195、軟化点72~76°C)等がある。

本発明で使用する脂環式エポキシド(B)の具体的な例として、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート；3,4-エポキシ-1-メチルシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシ-1-メチルシクロヘキサンカルボキシレート；6-メチル-3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-6-メチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート；3,4-エポキシ-3-メチルシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシ-3-メチルシクロヘキサンカルボキシレート；3,4-エポキシ-5-メチルシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシ-5-メチルシクロヘキサンカルボキシレート；2-(3,4-エポキシシクロヘキシル-5,5-スピロー-3,4-エポキシ)シクロヘキサン-メタジオキサン；ビ

ス (3,4-エポキシシクロヘキシルメチル) オキサレート；ビス (3,4-エポキシシクロヘキシルメチル) アジペート；ビス (3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシルメチル) アジペート；ビス (3,4-エポキシシクロヘキシルメチル) ピメレート；4-ビニルシクロヘキサンモノエポキシド；ノルボルネンモノエポキシド；リモネンモノエポキシド等を挙げることができる。これら脂環式エポキシド (B) のうち、特に好ましいものとしては、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、ビス-(3,4-エポキシシクロヘキシルメチル) アジペート、2-(3,4-エポキシシクロヘキシル-5,5-スピロー-3,4-エポキシ) シクロヘキサン-メタジオキサン、ビス (2,3-エポキシシクロベンチル) エーテル等が挙げられる。これら脂環式エポキシド (B) は、1種又は2種以上使用することができる。

光カチオン重合触媒 (C) としては、公知のど

のような光カチオン重合触媒でも使用することができる。例えば、米国特許 3379653 号公報に記載されたような 1 種若しくはそれ以上の金属フルオロ硼酸塩及び三弗化硼素の錯体、米国特許 3586616 号公報に記載されたようなビス (ペルフルオロアルキルスルホニル) メタン金属塩、米国特許第 3708296 号公報に記載されたようなアリールジアゾニウム化合物、米国特許第 4058400 号記載の第 VIa 族元素の芳香族オニウム塩、米国特許第 4069055 号公報記載の第 Va 族元素の芳香族オニウム塩、米国特許第 4086091 号公報記載の第 IIIa-Va 族元素のジカルボニルキレート、米国特許第 4139655 号公報記載のチオピリリウム塩、米国特許第 4161478 号公報記載の MF_6 アニオン (ここで M は、P、As 及び Sb より選択される) を有する第 VIa 族元素、米国特許第 4231951 号公報記載のトリアリールスルホニウム錯塩、米国特許第 4256828 号公報記載の芳香族イオドニウム錯塩及び芳香族スルホニウム錯塩を包含

する。好適な光カチオン重合触媒は、ポリアリールスルホニウム錯塩、ハロゲン含有錯イオンの芳香族スルホニウム塩若しくは、イオドニウム塩、並びに第 IIIa、Va 及び VIa 族元素の芳香族オニウム塩を包含する。これら塩類の幾種かは、たとえば FC-508 若しくは FX-512 (ポリアリールスルホニウムヘキサフルオロホスフェート及び $FC-508$ (3M カンパニー社製)、あるいは、UVE-1014 (ゼネラルエレクトリック・カンパニー社製、ポリアリールスルホニウムヘキサフルオロアンチモン塩)、SP-170、SP-150 (旭電化機製、ポリアリールスルホニウムヘキサフルオロホスフェート、ポリアリールスルホニウムヘキサフルオロアンチモネート) として販売されているように市販入手することができる。これら光カチオン重合触媒 (C) は、1種または2種以上を任意の割合で混合して使用する事ができる。

本発明に使用される (A) 成分の量は、樹脂組成物及び光ディスク用オーバーコート組成物の

好ましくは 1~60 重量%，特に好ましくは、5~40 重量% が望ましい。(B) 成分の量は樹脂組成物及び光ディスク用オーバーコート組成物の好ましくは、39.95~98.95 重量%，特に好ましくは、59.9~94.9 重量% である。(C) 成分の量は、樹脂組成物及び光ディスク用オーバーコート組成物の (A) 成分と (B) 成分の総重量に対して、好ましくは、0.05~0.7 重量%，特に好ましくは 0.1~0.5 重量% である。

本発明の樹脂組成物及び光ディスク用オーバーコート組成物は、(A)、(B)、及び (C) の成分物質だけで十分所期の目的を達成するものであるが、さらに性能改良のため、本来の特性を変えない範囲で、モダフローのような商品名で販売されているシリコーン-酸化アルキレンコポリマー、アクリルポリマー (モンサント・ケミカル・カンパニー社)、非塩基性充填剤 (例えば、シリカ、タルク、ガラス玉、アルミニウム、銀、酸化亜鉛等) 及びその他の添加剤、たとえば、シランカップリング剤、溶剤なども含むこ

とができる。本発明の組成物の紫外線照射による硬化は常法により行なうことができる。例えば、低圧又は高圧水銀灯、キセノン灯等を用いて紫外線を照射すればよい。本発明の組成物は、特に光ディスク用オーバーコート組成物として有用であるが、その他にも、光ディスク用樹材、金属、プラスチック、ゴム、紙、木材及びセラミック用コーティング剤等にも使用できる。

本発明の光ディスク用オーバーコート組成物は特に光ディスクの記録膜の保護剤として、又、コンパクトディスクの記録膜の保護剤として有用である。

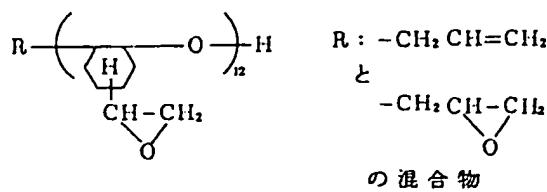
本発明の光ディスク用オーバーコート組成物を用いた光ディスクの記録膜の保護膜の形成は、光ディスクの記録膜の上に光ディスク用オーバーコート組成物を例えればスピンドルコート法等により塗布し、紫外線を照射して硬化することによって保護膜を形成させる。光ディスクの記録膜の上に光ディスク用オーバーコート組成物を塗布する場合、その厚さは通常1～50μ程度とす

外線硬化型光ディスク用オーバーコート組成物を調製した。

ポリカーボネート基板に記録膜を作製(スパッタリングにより)した光ディスクの記録膜の上に、上記の紫外線硬化型光ディスク用オーバーコート組成物をスピンドルコーターで塗布し、高圧水銀灯(東芝社製、2kW)により照射し該組成物を硬化させた。オーバーコートされた光ディスクを60℃の90%RHの状態に放置し、耐湿性試験を行なった処、1000時間経過しても記録膜に異常がなかった。該組成物の硬度は、Shore Dで89であった。

実施例2.

下記構造式



るのが好ましい。なお、これらの方において、光ディスク用オーバーコート組成物の硬化は、紫外線照射の代りに電子線照射によることもできる。

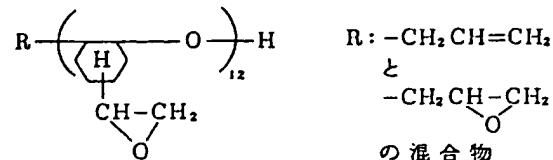
(実施例)

以下に、本発明を実施例により具体的に説明する。

なお、実施例中の部は、重量部である。

実施例1.

下記構造式

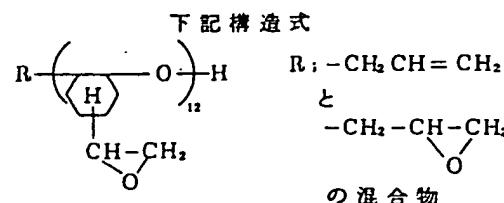


を有する化合物(ダイセル化学工業㈱製、EHP-E-3150、軟化点71℃)30部、3,4-エポキシシクロヘキシメチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート60部、SP-170(旭電化㈱製、光カチオン重合触媒、プロピレンカーボネート50%希釈品)0.6部を混合し紫

外線硬化型光ディスク用オーバーコート組成物を調製した。

3,4-エポキシシクロヘキシメチル-3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート60部、ビス-(3,4-エポキシシクロヘキシメチル)アジペート30部及びSP-170(旭電化㈱製、光カチオン重合触媒、プロピレンカーボネート50%希釈品)0.4部を混合し、紫外線硬化型光ディスク用オーバーコート組成物を調製した、これを用い、実施例1と同様にして、オーバーコートされた光ディスクを得た。実施例1と同様に試験を行ない、耐湿性の試験の結果、1000時間経過しても異常がなかった。硬度は、Shore Dで84であった。

実施例3



を有する化合物（ダイセル化学工業製、EH
PE-3150、軟化点、71℃）40部、ビス（2,3
-エポキシシクロヘキサン）エーテル40部、
3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3,4-
エポキシシクロヘキサンカルボキシレート20
部及びSP-170（旭電化製、光カチオン重合
触媒、プロピレンカーボネット50%希釈品）
0.3部を混合し、紫外線硬化型光ディスク用オ
ーバーコート組成物を調製した。これを用い、
実施例1と同様にして、オーバーコートされた
光ディスクを得た。実施例1と同様に試験を行
ない、耐湿性の試験の結果、1000時間経過し
ても異常がなかった。硬度は、Shore Dで91
であった。

（発明の効果）

本発明の樹脂組成物及び光ディスク用オーバ
ーコート組成物は、硬化して得られる硬化物の
硬度は硬く、耐湿性、接着性に優れ、吸水率が
低く、光ディスク用オーバーコート剤として有
用である。